

PAT-NO: JP402302328A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 02302328 A

TITLE: ORGANORUTHENIUM COMPOUND, ITS  
PRODUCTION AND INK FOR FORMING RESISTOR USING THE SAME

PUBN-DATE: December 14, 1990

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

HAYASHI, CHIHARU

OKANO, KAZUYUKI

ISOZAKI, YASUTO

HASEGAWA, HIROSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP01122171

APPL-DATE: May 16, 1989

INT-CL (IPC): C01G055/00, C09D011/02 , H01C007/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To improve yield by reacting an Ru compound with 2-ethylhexanoic acid in a nonaqueous solvent.

CONSTITUTION: 2-Ethylhexanoic acid and an equimolar amount of NaOH are stirred in benzene solvent while being heated at about 70 to 90deg;C to dissolve the NaOH. Water and the benzene are subsequently distilled away. After wholly distilling away the water, ruthenium chloride

hydrate dissolved in ethanol is then added and the resultant mixture solution is subsequently stirred at  $\leq 40^{\circ}\text{C}$  for about 15 to 30min to distill away the ethanol and benzene therein. The residue is then extracted with n-hexane and washed with water. The obtained organic layer is dried by adding a drying agent thereto and the n-hexane is redistilled away to afford an organoruthenium compound, having a low thermal decomposition temperature and excellent in calcinability. The obtained organoruthenium compound is used in an ink for forming resistors to afford an ink for forming low temperature calcining type resistors.

COPYRIGHT: (C)1990, JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A) 平2-302328

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>C 01 G 55/00  
C 09 D 11/02  
H 01 C 7/00

識別記号

PTG

C

庁内整理番号

8618-4G  
7038-4J  
2117-5E

⑭ 公開 平成2年(1990)12月14日

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全2頁)

⑮ 発明の名称 有機ルテニウム化合物、その製造方法およびそれを用いた抵抗体形成用インキ

⑯ 特 願 平1-122171

⑰ 出 願 平1(1989)5月16日

⑱ 発 明 者	林 千 春	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑱ 発 明 者	岡 野 和 之	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑱ 発 明 者	磯 崎 康 人	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑱ 発 明 者	長 谷 川 洋	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑲ 出 願 人	松下電器産業株式会社	大阪府門真市大字門真1006番地	
⑲ 代 理 人	弁理士 栗 野 重 孝	外 1 名	

## 明 細 書

## 1、発明の名称

有機ルテニウム化合物、その製造方法およびそれを用いた抵抗体形成用インキ

## 2、特許請求の範囲

- (1) 少なくともルテニウム原子2個および2-エチルヘキサン酸陰イオン4個から構成されることを特徴とする有機ルテニウム化合物。
- (2) ルテニウム化合物と2-エチルヘキサン酸とを非水系溶媒中で反応させて製造することを特徴とする請求項1記載の有機ルテニウム化合物の製造方法。
- (3) ルテニウム化合物とそれに対して3モル倍以上の2-エチルヘキサン酸とを反応させて製造することを特徴とする請求項2記載の有機ルテニウム化合物の製造方法。
- (4) ルテニウム化合物と2-エチルヘキサン酸とを40℃以下で反応させて製造することを特徴とする請求項2記載の有機ルテニウム化合物の製造方法。

(5) ルテニウム化合物とそれに対して3モル倍以上の2-エチルヘキサン酸とを40℃以下で反応させて製造することを特徴とする請求項2記載の有機ルテニウム化合物の製造方法。

(6) 請求項1記載の有機ルテニウム化合物を主要構成要素として含有することを特徴とする抵抗体形成用インキ。

## 3、発明の詳細な説明

## 産業上の利用分野

本発明は有機反応触媒および重合触媒、樹脂硬化促進剤、樹脂架橋剤、樹脂安定剤、ガラスおよびセラミックス表面への金属、酸化物皮膜形成剤、石油および油類の各種添加剤等の用途に用いられる有機ルテニウム化合物、その製造方法およびそれを用いた抵抗体形成用インキに関するものである。

## 従来の技術

従来より上記金属のカルボン酸塩はルテニウム原子1個に対し3個のカルボン酸陰イオンが結合していると考えられており、熱分解終了温度も高

い。また、その製造方法としては水系溶媒中で金属の無機塩とカルボン酸のアルカリ塩との塩の交換反応が知られている。

発明が解決しようとする課題

しかしながら、従来の製造方法では、ルテニウムの無機塩は加水分解により反応不活性な酸化ルテニウムまたはオキシ塩化ルテニウムを生成するので、有機ルテニウム化合物の収率が非常に悪いといった問題点を有するものであった。

本発明は上記従来の問題点を解決するもので、熱分解性の良い有機ルテニウム化合物を再現性良くかつ高収率で製造する方法およびそれを用いた抵抗体形成用インキを提供することを目的とするものである。

課題を解決するための手段

これらの問題を解決するために本発明の有機ルテニウム化合物の製造方法は、ルテニウム化合物とそれに対して3モル倍以上の2-エチルヘキサン酸とを非水溶媒中、40℃以下で反応させることを特徴とするものである。

した。上記の反応混合溶液中のエタノールおよびベンゼンを留去し、残存物をn-ヘキサンで抽出し、水洗を行った。得られた有機層に無水流酸マグネシウムを20gを加え、乾燥させ、再びn-ヘキサンを留去し、目的の有機ルテニウム化合物を得た。このとき収率90%であり、非常に高収率で製造することができた。熱分析後の残存物の元素分析を行った結果、混在している炭化物の含有量は10ppm以下であったので金属酸化物、金属皮膜形成剤にも用いることができることが確認された。

本実施例において、塩化ルテニウム溶液の添加の際の溶液温度を40℃以上にて行ったところ塩化ルテニウムが一部分解して、酸化ルテニウムまたはオキシ塩化ルテニウムなどの不溶化合物が生成し、収率は50%以下であった。

同じく、塩化ルテニウム溶液の溶媒をエタノールから水に代えて反応させたところ同様に難溶性の無機化合物が生成し、目的化合物は全く得られなかった。

作用

この方法によって、従来より知られている化合物に比して熱分解温度が低く、かつ焼結性に優れた有機ルテニウム化合物を高収率で製造することができる。また本発明の有機ルテニウム化合物を抵抗体形成用インキに使用することによって低温焼成型抵抗体形成用インキが得られる。

実施例

以下、本発明の具体的な実施例について説明する。

反応容器に2-エチルヘキサン酸8.20g(0.57mol)、水酸化ナトリウム24.00g(0.57mol)とベンゼン200mlを入れ、水浴を70℃-90℃に保ちながら激しく攪はんし、水酸化ナトリウムが溶解した後に水とベンゼンを留去した。水をすべて留去させた後、水浴を取り去り反応溶液の温度が40℃以下になったところに、300mlのエタノールに溶解した塩化ルテニウム水和物5.00g(0.19mol)を加えて40℃以下で15分間-30分間攪はん

また、塩化ルテニウムに対する2-エチルヘキサン酸の反応量は3モル倍以上であれば、同じ化合物がほぼ同収率で得られるが、過剰分の2-エチルヘキサン酸は未反応のまま回収されるので原料効率から見ると3モル倍が最適である。3モル倍以下の2-エチルヘキサン酸を使用した場合得られた有機ルテニウム化合物1分子中の2-エチルヘキサン酸陰イオンの含有量が少なく、塩素量が多いため有機溶媒に対する溶解性が悪く、かつ熱分解温度も高かった。

発明の効果

以上の実施例から分かるように本発明の有機ルテニウム化合物の製造方法は熱分解性、焼結性良好な有機ルテニウム化合物を高収率で製造することができる。また、上記化合物を含有したインキは低温で抵抗体を形成できることから、産業上利用価値は多大なものである。

代理人の氏名 弁理士 栗野重孝 ほか1名